

P.- 24.489

PH. 17.753
Spain
vDo/AvdH

14 OCT. 1963



REHECHA I

288241

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN, entidad holandesa, establecida en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

"METODO DE FABRICACION DE UN NUCLEO MAGNETICO"

La presente invención se refiere a un método de fabricación de núcleos magnéticos para ser usados como elementos de almacenamiento y a núcleos magnéticos fabricados por tal método. Tales núcleos magnéticos tienen la propiedad que la forma del lazo de histéresis se aproxima a la rectangularidad. Los elementos de almacenamiento son usados, por ejemplo, en computadores electrónicos.

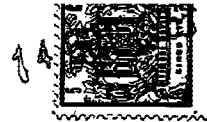
Cuando se usan núcleos magnéticos como elementos de almacenamiento es deseable limitar la ocurrencia de corrientes de Foucault tanto como sea posible, de modo



que los materiales oxidicos magnéticamente blandos, son usados más y más como materiales de partida para dichos núcleos, materiales que tienen, como es bien sabido, una conductividad eléctrica muy baja.

5 La conveniencia de los núcleos magnéticos relevan
tes como elementos de almacenamiento es determinada por
sus características de impulsos de corriente, es decir,
por su comportamiento bajo condiciones de impulsos de co-
rriente. En esta relación es muy importante, por ejemplo,
10 la ocurrencia de una diferencia marcada entre la "señal
cero" y la "señal uno" (en la técnica de computadores tam-
bién se hace diferencias entre señal uno "no perturbada",
uVI, y la señal uno "perturbada", rVI, pero estas magnitu-
des difieren ligeramente en un buen elemento de almacena-
15 miento). Para este fin, además de una "rectangularidad"
suficiente del lazo de histéresis, es necesario que para
un tiempo determinado de la corriente de control, el perio-
do que transcurre entre el comienzo del impulso de corrien-
te de control y el momento en que la tensión de salida dé
20 la señal "uno" alcanza su máximo valor sea substancialmen-
te constante. Por razones prácticas preferentemente no se
toma como base el comienzo del impulso de corriente de
control sino el momento en que la corriente de control al-
canza una intensidad del 10 % de su valor máximo. La ex-
25 presión "tiempo de cresta" (T_p) de un núcleo magnético de-
be entonces ser entendida como significando el tiempo que
transcurre entre el instante en que la corriente de con-
trol alcanza una intensidad de 10 % de su valor máximo y
el instante en que la tensión de salida de la señal "uno",
30 que es producida por el impulso de corriente de control

288241



relevante, se ha vuelto máxima. Dicho tiempo de cresta naturalmente depende del tiempo de elevación (τ_r) del impulso de corriente de control. En los experimentos que han conducido a la presente invención dicho tiempo de elevación era invariablemente de 0,15 microsegundos.

Las variaciones en las características de los impulsos de control de los elementos de almacenamiento que se producen debido a variaciones de temperatura, han sido corregidas hasta ahora principalmente variando la intensidad de la corriente de control. También todo el conjunto de los elementos de almacenamiento ha sido colocado en un termóstato para evitar variaciones interferentes de la temperatura. Sin embargo tales métodos son complicados y trabajosos. Además ellos son inutilizables si, durante el funcionamiento del conjunto, se producen diferencias de temperatura entre los elementos de almacenamiento individuales, debido a que un elemento es conmutado durante un período de tiempo más frecuentemente que otro. Por lo tanto, es muy importante disponer de elementos de almacenamiento que no solamente muestran una relación de rectangularidad suficientemente grande del lazo de histéresis, si no también cuya tensión de salida de la señal "uno", así como el tiempo de cresta, no dependen de la temperatura o dependan sólo en pequeño grado, dentro de un rango amplio de temperaturas (preferentemente entre -40 y $+125^{\circ}\text{C}$).

En los experimentos que han conducido a la presente invención se ha encontrado que los núcleos magnéticos que consisten de ferritos de litio-manganeso-(níquel), dentro de un rango de composiciones que será definido más adelante, tienen características de impulso de corriente

288241



que los vuelven muy adecuados para ser usados como elementos de almacenamiento.

La presente invención se refiere a un método de fabricación de núcleos magnéticos adecuados para ser usados como elementos de almacenamiento magnético, sinte-
 5 rizando una masa de óxidos de litio, manganeso, hierro y po-
 siblemente níquel, y/o compuestos de dichos metales que se cambian en los óxidos cuando son calentados intensamen-
 te, masa que ha sido moldeada antes en la conformación de-
 10 seada y pre-sinterizada a una temperatura inferior a los
 800°C y se caracteriza porque las cantidades de dichos me-
 tales en la masa que debe ser sinterizada, expresadas en
 mol. % de los óxidos Li_2O , MnO , Fe_2O_3 y posiblemente NiO ,
 son:

15	2,5 a 16,4 mol.% de Li_2O
	0,3 a 68 " MnO
	32 a 82 " Fe_2O_3
	0 a 14 " NiO

y que el proceso de sinterización tiene lugar a una tempe-
 20 ratura comprendida entre 1.200°C y 1.400°C en aire o en
 una mezcla de aire y oxígeno.

Cuando núcleos magnéticos fabricados de acuerdo con la invención son comparados, con respecto a su utili-
 zación como núcleos de almacenamiento, con núcleos magné-
 25 ticos conocidos que consisten de ferritos de manganeso-
 -magnesio-(zinc), ferritos de manganeso-cobre-(zinc) o fe-
 rritos de litio-manganeso, se encuentra lo siguiente: los
 núcleos magnéticos fabricados de acuerdo con la invención,
 si tienen contenidos más elevados de manganeso, se distin-
 30 guen con propiedades en lo demás equivalentes a aquellas
 de los núcleos magnéticos conocidos antes citados, por un

288241

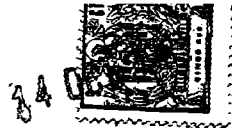


valor sorprendentemente elevado de la tensión de salida de la señal "uno". En el caso de contenidos menores de manganeso ellos tienen, como propiedades especialmente favorables, un coeficiente de temperatura muy bajo de la tensión de salida de la señal "uno" y un coeficiente de temperatura muy bajo del tiempo de cresta, siendo equivalentes las otras propiedades a aquellas de los núcleos magnéticos conocidos correspondientes.

Resultados óptimos son obtenidos si la masa sinterizada por calentamiento a una temperatura comprendida entre 1.200 y 1.400°C es primero enfriada a una razón de como máximo 30°C por minuto hasta una temperatura que es de 100 a 600°C inferior y luego templados o, si la masa es sinterizada por calentamiento a una temperatura comprendida entre 1.200 y 1.400°C es enfriada a una razón de más de 30°C por minuto hasta una temperatura que es de 100 a 600°C inferior, la masa es mantenida a esta temperatura inferior durante al menos 5 minutos, y luego es templada.

Como se ha mencionado previamente, núcleos magnéticos con un lazo de histéresis substancialmente rectangular y hechos de ferritos de litio manganeso ya eran conocidos. Sin embargo, ellos eran fabricados por calentamiento a una temperatura no mayor que 1.200°C. Hasta ahora se creyó que la volatilidad del óxido de litio era un obstáculo para usar temperaturas de calentamiento mayores que 1.200°C. Sin embargo, se ha encontrado que este no es el caso, siempre que se asegure que el proceso de sinterización tenga lugar en una atmósfera gaseosa que no contiene, o substancialmente no contiene, vapor de agua.

A continuación se da un ejemplo que explica la in



vención.

EJEMPLO.-

5 Mezclas de carbonato de litio, Li_2CO_3 , carbonato
de manganeso, MnCO_3 , óxido férrico Fe_2O_3 , y posiblemente
carbonato de níquel, NiCO_3 , fueron molidas en etanol en
un molino de bolas durante 4 horas. Los productos molidos
fueron pre-sinterizados en aire, enfriados a temperatura
ambiente y molidos en etanol en un molino de bolas durante
10 16 horas. Los productos molidos resultantes, después de
agregar un ligante orgánico, fueron granulados y comprimi-
dos para formar anillos a una presión de 1,5 ton/cm². Di-
chos anillos fueron sinterizados en aire mediante calenta-
miento a una temperatura comprendida entre 1.200 y 1.400°C.

15 La Tabla que sigue a continuación muestra los res-
tantes detalles respecto a la composición química y las
condiciones de fabricación de los núcleos magnéticos, así
como un número de resultados de medición. Todas las medi-
ciones fueron realizadas a 25°C. El tiempo de elevación
20 (τ_r) del impulso de corriente de control, como se ha men-
cionado previamente, era invariablemente 0.15 microsegun-
dos.

288241



COMPOSICION EN MOL.%
DE LOS OXIDOS

Nº. de muestra	Li ₂ O	MnO	Fe ₂ O ₃	NiO	Temperatura de sinterización (°C)	METODO DE SINTERIZACION Y ENFRIAMIENTO	Salida V de la se del "uno" (m.volts)	Salida V de la se del "uno" perturbada (m.volts)	tiem po de la se del "uno" creta (m. seg)	% por C. en la tem peratura	% por C. en la tem peratura	Coefficiente de temperatura de la se del "uno" no perturbada
1	14,2	4,9	74,6	6,3	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1.320°C en un periodo de 60 seg, mantenido a esta temperatura por 7 min., luego enfriado a 980°C en menos de 3 min, mantenido a esta temperatura 16 horas, finalmente templado en aire.	17	76	0,40	0,0	0,5	de -40°C a +125°C
2	16,35	3,92	79,73	-	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1.340°C dentro de 60 seg, mantenido a esta temperatura por 5 min, enfriado en el horno que ha sido desconectado hasta 1000°C, y finalmente templado en aire.	19	78	0,38	0,30	0,43	de +20°C a +80°C
3	8,7	26,1	65,2	-	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1265°C en 50 seg, mantenido a esta temperatura por 5 minutos, enfriado en el horno que ha sido desconectado hasta 1000°C y finalmente templado en aire.	26	164	0,35	0,48	0,58	de +20°C a +80°C
4	5,0	50,0	45,0	-	700	Calentado a una temperatura de cresta de 1260°C en 60 seg, mantenido a esta temperatura por 5 minutos, enfriado en el horno que ha sido desconectado hasta 1000°C y finalmente templado en aire.	18,5	120	0,34	0,65	0,61	de +20°C a +80°C
5	14,2	4,9	74,6	6,3	550	Calentado a una temperatura de cresta de 1350°C en 45 seg, mantenido a esta temperatura por 10 minutos, enfriado en el horno que ha sido desconectado hasta 950°C y finalmente templado en aire.	5,5	35	0,34	0,1	0,5	de 0°C a +80°C
6	12,4	7,45	73,95	6,2	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1280°C en 60 seg, mantenido a esta temperatura por 5 min, luego enfriado a 1000°C en menos de 3 minutos, mantenido a esta temperatura 20 min, finalmente templado en aire.	16	96	0,38	0,38	0,45	de +20°C a +80°C
7	12,4	1,24	73,96	12,4	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1340°C en 60 seg, mantenido a esta temperatura 5 min, luego enfriado a 1000°C en menos de 3 minutos, mantenido a esta temperatura 20 minutos, finalmente templado en aire.	20	60	0,32	0,25	0,45	de +20°C a +80°C

11



(Continuación)

COMPOSICION EN MOL. %
DE LOS OXIDOS

Nú- cleo Nº.	MnO	FeO ₃	NiO	Tempera- tura de pre-sin- teriza- ción (°C)	METODO DE SINTERIZACION Y EN- FRIAMIENTO	Salida V de la se- ñal cero (m.Volts)	Salida V de la se- ñal "uno" perturbada (m.Volts)	Tiem- po de crea- ción (m. y seg)	% por sC	en la tem- peratura	% por sC	en el rango de tempera.
8	14,4	4,5	77,9	3,2	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1300°C en 50 seg. mantenido a esta temperatura 5 minutos, luego enfriado a 1000°C en menos de 3 min, man- tenido a esta temperatura 60 min, finalmente templado en aire.	20	95	0,34	0,27	0,48	de +20°C a +80°C
9	14,4	4,5	77,9	3,2	750	Calentado a una temperatura de cresta de 1340°C en 50 seg. mantenido a esta temperatura 5 minutos, luego enfriado a 1000°C en menos de 3 min, man- tenido a esta temperatura 60 min, finalmente templado en aire.	23	76	0,36	0,36	0,39	de +20°C a +80°C

Cada uno de los núcleos Nº 1 a 4 y 6 a 9 tenían un diámetro externo de 1,3 mm, un diámetro interno de 0,8 mm y una altura de 0,4 mm.
Estas dimensiones eran 0,8 mm, 0,5 mm y 0,2 mm, respectivamente para el núcleo Nº 5.

8 174

288241



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 25 de Mayo de 1962, bajo el número 278.942, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1.- Método de fabricación de un núcleo magnético con un lazo de histéresis substancialmente rectangular y que consiste de material de ferritos ferromagnéticos mezclados, en que una masa comprimida en la forma deseada y, si fuera deseable, pre-sinterizada a una temperatura inferior a los 800°C. y que consiste de óxidos de litio, manganeso, hierro y posiblemente níquel y/o de compuestos de estos metales que se transforman en los óxidos cuando son intensamente calentados, es sinterizada, caracterizado porque las cantidades relativas de los metales antes mencionados en la masa sinterizada, expresada en mol.% de los óxidos: Li_2O , MnO , Fe_2O_3 y NiO , son:

20

25

2,5	a	16,4	mol.% de	Li_2O
0,3	a	68	"	MnO
32	a	82	"	Fe_2O_3
0	a	14	"	NiO

30

y que el proceso de sinterización tiene lugar a una tem-



peratura de 1.200 a 1.400°C en aire o en una mezcla de
aire y oxígeno.

5 2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, ca
racterizado porque la masa sinterizada por calentamiento
a una temperatura comprendida entre 1.200 y 1.400°C, es
primero enfriada a una razón de como máximo 30°C por minu
to hasta una temperatura que es de 100 a 600°C inferior y
luego templada.

10 3.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, ca
racterizado porque la masa sinterizada por calentamiento
a una temperatura comprendida entre 1.200 y 1.400°C es en
friada a una razón de más de 30°C por minuto hasta una tem
peratura que es de 100 a 600°C inferior, mantenida a esta
temperatura inferior durante al menos 5 minutos y luego
15 templada.

4.- Método de fabricación de un núcleo magnético.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante
cede y para los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de diez hojas escritas a má
quina por una sola cara.

Madrid,

14 OCT. 1963

P. Alberto de Elizaburu
Per Fides

288241